

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **59094064 A**(43) Date of publication of application: **30.05.84**

(51) Int. Cl.

**G01N 31/08**  
**B01D 15/08**  
**B01F 5/00**

(21) Application number: **57203979**(71) Applicant: **SHIMADZU CORP**(22) Date of filing: **19.11.82**(72) Inventor: **NODA HIROSHI**(54) **GRADIENT MIXER**

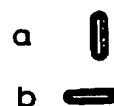
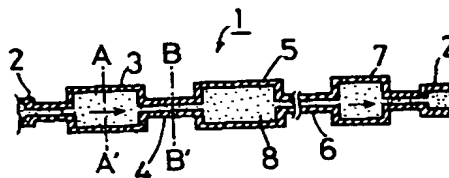
area shapes are largely changed.

(57) Abstract:

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&amp;Japio

**PURPOSE:** To make it possible to perform uniform mixing, by a method wherein two or more of mixing pipe parts constituted so as to be provided in a connected state are enlarged in the widths thereof larger than the diameters of liquid feed pipes connected to said mixing pipe parts and the width enlarging directions thereof are made regularly different while each cross-sectional area thereof is made almost the same to that of each liquid feed pipe.

**CONSTITUTION:** A gradient mixer 1 is constituted of liquid feed pipes 2 and mixing pipe parts 3W7 formed on the way of said liquid feed pipes 2 and constituted so as to move a solvent 8 to be mixed. The mixing pipe parts 3, 5, 7 are pipes each having a flat cross-sectional shape and mixing pipe parts 4, 6 are provided so that the pipes same to the mixing pipe parts 3, 5, 7 are provided so as to cross the longitudinal directions of the flat cross-sectional area shapes at right angles. The solvent 8 is smoothly mixed without forming large reverse flow or stagnant flow because by the mixing pipe parts 3W7 because the cross-sectional



⑩ 日本国特許庁 (JP)  
⑪ 公開特許公報 (A)

⑫ 特許出願公開  
昭59—94064

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 31/08  
B 01 D 15/08  
B 01 F 5/00

識別記号  
1 2 7

庁内整理番号  
6514—2G  
7430—4D  
6639—4G

⑭ 公開 昭和59年(1984)5月30日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ グラジエント用ミキサー

⑯ 特 願 昭57—203979  
⑰ 出 願 昭57(1982)11月19日  
⑱ 発 明 者 野田 広  
京都市中京区西ノ京桑原町1番

地株式会社島津製作所三条工場  
内  
⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所  
京都市中京区河原町通二条下ル  
一ノ船入町378番地  
⑳ 代 理 人 弁理士 野河信太郎

明 細 書

1. 発明の名称

グラジエント用ミキサー

2. 特許請求の範囲

1. 2つ以上の混合管部を連設して構成され、各混合管部が接続される送液管の径より拡幅され、その拡幅方向を規則的に異にし、且つ管軸に直角な断面積を前記送液管と略同一にしてなるグラジエント用ミキサー。

2. 拡幅混合管部が偏平な断面形状を有する特許請求の範囲第1項記載のグラジエント用ミキサー。

3. 拡幅混合管部が各拡幅方向を交互に交差するように連設されてなる特許請求の範囲第1項又は第2項記載のグラジエント用ミキサー。

4. 接続される送液管が細管である特許請求の範囲第1項から第3項のいずれかに記載のグラジエント用ミキサー。

3. 発明の詳細な説明

この発明はグラジエント用ミキサーに関し、異なる2つ以上の溶媒を均一に混合する際に、簡単な構成にて溶媒の逆流・滞流をうながし、一定流量の溶媒を効果的に混合しながら移送することができるようにするものである。

液体クロマトグラフィーに用いられる移動相を構成するそれぞれの溶媒量を流量プログラミングにより制御し、移動相の組成・温度をすみやかに変更できるようにしたグラジエント分析装置は、上記のそれぞれの溶媒を均一に混合し、混合された溶媒(移動相)の流れが混合部分により遅れることなく、一定流量の溶媒を移送するミキサーが必要となる。ところがこれまでのミキサーは第1図(a)に示すような直径1~3mmの球状物質(ステンレス鋼・セラミック等)を充填したミニカラムが用いられ、混合に対し必ずしも満足すべきものではなかった。すなわち、このミキサーはカラム内の球状物質が溶媒を攪拌しカラムと球状物質との間に形成される縦横に交差した複雑な流路が乱

流状態を発生させ溶媒を混合している。

球状物質の直径及びその個数の多少が検討され、溶媒の均一な混合についてはほぼ達成されているが、混合を十分に行なうためかなりの内容積を必要とし、このため実際の濃度変化はプログラミングに対して著しく遅れてしまう。

すなわち、混合を均一にするための乱流発生が上述のごとく縦横に交差した複雑な流路に依っているために溶媒の逆流、滞流が非効率的で、従って移動相流の平滑化のため相当多くの混合部分を必要とし、結果的には多くの内容積が必要であった。

第1図(b)、(c)に示すように球状物質による方法に代るミキサーも実用化されているが、前記と同様の現象が発生している。このことは適切なグラジエントプログラミングが困難であることを意味している。

又最近注目されているマイクロ液体クロマトグラフィーでは移動相流量が従来の  $0.5\text{ml}/\text{分} \sim 4\text{ml}/\text{分}$  に比べ数  $\mu\text{l}/\text{分} \sim$  数  $10\mu\text{l}/\text{分}$  と極め

は特定方向の幅が拡大して構成され、例えば偏平、楕円(長面)などとされるが、具体的には一本の丸管を圧縮して上記混合管部の組合せを製造するのが好ましい例として挙げられる。使用材料はステンレス鋼が好ましく、この場合の偏平管の例では内厚を  $0.1 \sim 1.0\text{mm}$ 、管断面長手方向外周巾  $1 \sim 10\text{mm}$ 、同じく外周縦横比  $3 \sim 10$ 、偏平管の長さ  $1 \sim 10\text{mm}$ 、偏平管の個数約  $10 \sim 50$  個が好ましい。

以下図に示す実施例に基づいてこの発明を詳述する。なお、これによってこの発明が限定されるものではない。

第2図においてグラジエント用ミキサー(1)は、送液管(2)と、この送液管(2)の途中に形成された混合管部(3)～(7)から構成されている。なお(8)は混合される溶媒(移動相)である。

混合管部(3)、(5)、(7)は第3図(a)に示すような偏平な断面形状の管である。混合管部(4)、(6)は第3図(b)に示すように混合管部(3)、(5)、(7)と同一の管であるが混合管部(3)、(5)、(7)とは偏平断面の長手方向が直角に交差するように連設されている。

て小さいため、第1図(a)、(b)、(c)のミキサーでは送流・滞流を発生させる内容積(デッドボリューム)が大きく、マイクロ液体クロマトグラフィーでのグラジエント用ミキサーとしては不適當である。

この発明はこれらの事情に鑑みなされたもので、その具体的構成は、2つ以上の混合管部を連設して構成され、各混合管部が接続される送液管の径より拡張され、その拡張方向を規則的に異にし、且つ管軸に直角な断面積を前記送液管と略同一にしてなるグラジエント用ミキサーである。

すなわち、この発明は2つ以上の混合管部の拡張方向が規則的に異なるように連設し、強制攪拌することなく混合管部の形状及びその配列の作用によって混合を均一に行おうとするものであり、且つ混合管部の軸に直角な断面積を同一にすることにより、ミキサー内の溶媒が一定の流速で移送できるようにするものである。

なお、ミキサーを構成する混合管部連結部の断面積も混合管部と略同一とするのが望ましい。

この発明に使用される拡張混合管部の断面形状

グラジエント用ミキサー(1)はこのような混合管部(3)、(5)、(7)と(4)、(6)とを軸方向に交互に連設しているわけである。

以上のように構成されたグラジエント用ミキサー(1)において、送液管(2)で送液された2種以上の異なる溶媒によって構成された移動相(8)は、その断面が第4図のように各々の溶媒が層をなした状態である。従って移動相(8)の各溶媒層部の構成を乱し、構成する溶媒を均一に混合する必要がある。

しかるに各混合管部(3)～(7)の連設によって、各移動相(8)断面形状が大きく変化し、更にその変化した移動相(8)流れに対して管摩擦抵抗が変化して付与され、各移動相(8)間のスライド(移動相(8)を構成する各溶媒の移動)現象が激しく起こる。かくして移動相(8)は大きな逆流や滞流がなく滑らかに混合され、従ってデッドボリュームが小さく、遅れの少ないグラジエントプログラミングが可能となる。

なおこのミキサー(1)は液体クロマトグラフィーを主とし、液体を用いる分析系に使用でき、特に

マイクロ液体クロマトグラフィーにおけるグラジェント分析用ミキサーに適したものである。

次に参考までに第2図のグラジェント用ミキサーの材料・寸法仕様例を上げる。

(1) 材料仕様

混合管部材料 (ステンレス鋼)

(2) 寸法仕様

(混合管部)

長さ ( 2 ) ㎢

管厚 ( 0.2 ) ㎢

管断面長手方向外周巾 ( 3 ) ㎢

管断面外周縦横比 ( 3 ) ㎢

個数 ( 20 ) 個

(送液管)

外径 ( 1.6 ) ㎢ φ

管厚 ( 0.3 ) ㎢

はこの発明に係るグラジェント用ミキサーの一実施例を示す断面図、第3図(a), (b)はそれぞれの混合管部のA-A, B-B断面図、第4図は送液管溶媒層説明断面図である。

(1) … グラジェント用ミキサー、

(2) … 送液管、

(3), (4), (5), (6), (7) … 混合管部、

(8) … 移動相。

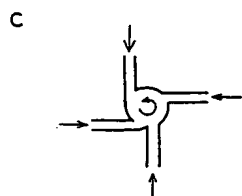
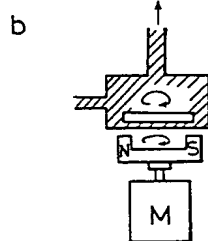
代理人 弁理士 野 河 信 太 郎



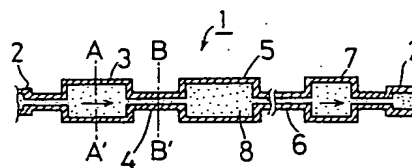
4. 図面の簡単な説明

第1図は従来の液体クロマトグラフィーにおけるグラジェント用ミキサーの説明断面図、第2図

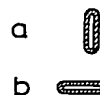
第1図



第2図



第3図



第4図

